

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 681 138

(21) N° d'enregistrement national : 91 11189

(51) Int Cl⁵ : G 01 N 30/60

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 09.09.91.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : COUILLARD François — FR.

(72) Inventeur(s) : COUILLARD François.

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 12.03.93 Bulletin 93/10.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

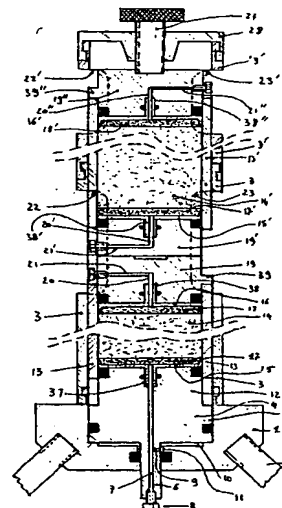
(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire :

(54) Perfectionnements aux colonnes chromatographiques.

(57) Colonne chromatographique constituée par une structure support dans laquelle est insérée une structure du type cartouche rechargeable, caractérisée par le fait que la structure de support est constituée par des modules supports ou carters superposables de forme générale cylindrique ou prismatique dans lesquels sont introduites des cartouches modulaires susceptibles d'être empilées et dont le garnissage peut être tassé par un système commun d'autocompression de l'ensemble, lesdites cartouches pouvant être traversées successivement ou séparément par un ou plusieurs fluides dont l'un assure l'auto-compression.



FR 2 681 138 - A1



PERFECTIONNEMENTS AUX COLONNES CHROMATOGRAPHIQUES

La présente invention a trait à des perfectionnements aux colonnes chromatographiques.

5 L'art antérieur dans ce domaine est très abondant, mais on retiendra néanmoins les documents suivants considérés comme les plus caractéristiques.

10 Le brevet français 2.556.099 (Groupe Industriel de Réalisations et d'Applications) décrit une colonne de chromatographie constituée par un tube dont une partie contient un garnissage et comportant, à une de ses extrémités, des moyens de communication avec l'extérieur, et d'autre part, au moins un corps coulissant se déplaçant longitudinalement dans le tube et présentant des moyens de liaison avec un
15 conduit communiquant avec l'extérieur, ladite colonne étant caractérisée en ce que ledit corps coulissant est déplacé par la pression exercée par le fluide sous pression injecté dans une enceinte formée entre la surface du corps coulissant opposée à celle au contact avec le garnissage et l'extrémité
20 du tube qui lui fait face.

A partir de ce système basé sur l'auto-compression du garnissage par le fluide chromatographique lui-même (fluide à chromatographier, éluant ou solvant, essentiellement), sont
nés divers perfectionnements tendant à simplifier les
25 manipulations nécessaires, entre autres à la mise en place et à l'extraction du garnissage.

On citera en particulier le brevet français 2.606.882 (au nom du déposant de la présente demande) qui décrit une colonne comportant, à ses extrémités des plaques poreuses, dont l'une

est fixe et l'autre susceptible de se déplacer à l'intérieur de la colonne sous l'action d'un vérin et de comprimer ainsi la charge contenue dans ladite colonne, laquelle est caractérisée en ce que la charge est contenue dans une
5 cartouche interchangeable rigide ou semi-rigide d'un diamètre extérieur sensiblement égal au diamètre intérieur de la colonne, cette dernière étant coupée en deux demi-cylindres égaux que l'on rapproche l'un de l'autre après insertion de ladite cartouche et que l'on tient serrés ensemble par tout
10 moyen approprié.

On a pu ainsi obtenir des colonnes à auto-compression et à remplissage par cartouches, ce qui oblige néanmoins à disposer, pour chaque diamètre de colonne de batteries de cartouches selon la hauteur de garnissage nécessaire, c'est-à-
15 dire selon la nature des opérations d'analyse, de séparation, d'extraction ou autre, selon la nature des produits à chromatographier et des fluides utilisés.

Si l'on ne veut pas investir dans une série de colonnes, on peut se trouver ainsi amené, par exemple, à travailler dans
20 une colonne dont la hauteur correspond au maximum à envisager, quitte à n'y utiliser qu'une cartouche de hauteur beaucoup plus réduite dans certains cas.

La présente invention a pour but de rendre structures de colonnes et de cartouches modulables, ce qui permet de faire
25 évoluer l'ensemble au gré des besoins, tout en gardant appliqués à la fois le principe d'auto-compression par le fluide lui-même et celui des cartouches interchangeables.

Selon l'invention, on utilise des modules de colonnes constitués par des modules de supports ou carters de forme

générale cylindrique ou prismatique dans lesquels sont introduites des cartouches modulaires susceptibles d'être empilées et dont le garnissage peut être tassé par autocompression de l'ensemble, lesdites cartouches pouvant
5 être traversées successivement ou séparément par un ou plusieurs fluides dont l'un assure l'auto-compression.

Dans une même famille de modules porteurs, on peut éventuellement insérer soit des cartouches de diamètres extérieurs correspondant au diamètre intérieur des modules porteur ou du cylindre inscrit dans le cas des modules
10 prismatiques, soit des cartouches de diamètres inférieurs grâce à des formes adéquates des cartouches, soit à des entretoises.

Dans chaque cartouche, le garnissage est contenu entre
15 deux éléments extrêmes coulissants susceptibles d'être traversés par les fluides, pour assurer les opérations chromatographiques.

Pour mieux faire comprendre les caractéristiques techniques et les avantages de la présente invention, on va en
20 décrire un exemple de réalisation, étant bien entendu que celui-ci n'est pas limitatif quant à son mode de mise en oeuvre et aux applications qu'on peut en faire.

On se reportera à la figure unique qui représente schématiquement, en coupe longitudinale partielle, une colonne
25 chromatographique conforme à la présente invention.

L'ensemble comprend une pièce de base 1 montée sur un support tel qu'un trépied, constitué ici par trois pieds indépendants 2 vissés dans la base 1, ce qui rend l'ensemble

démontable et aisément transportable, comme on le verra d'ailleurs tout au long de cette description.

Sur cette base 1 viennent se fixer dans les conditions ci-après décrites un ou plusieurs modules de colonnes constitués par des modules porteurs ou carters tels que 3 et des cartouches également modulaires tels que 13.

Sur cette base 1, vient se fixer un module support de cartouche 3, de forme générale cylindrique ou éventuellement prismatique à cylindre inscrit, dont le diamètre intérieur correspond au diamètre extérieur de la ou des cartouches qui viendront y être insérés, avec le simple jeu nécessaire pour la mise en place. On remarquera cependant que dans des supports tels que 3 de diamètre intérieur tel que défini-cidessus, il est possible d'insérer des cartouches de diamètres intérieurs plus petits que ceux correspondant à la famille de cartouches s'insérant exactement dans celle des modules porteurs, dès lors que l'homme de l'art prévoit des formes de cartouches ou entretoises assurant le maintien en place des cartouches dans les modules porteurs.

Le module porteur 3 peut être monté sur la base 1 à l'aide d'un système à baïonnette. Il présente des ouvertures ou jours latéraux sur lesquels on reviendra ci-après et qui permettent de faciliter les opérations de m^ontage et de connexion des cartouches modulaires. Différents supports tels que 3 peuvent être ainsi montés superposés, dès lors qu'ils présentent le même diamètre intérieur, et les moyens de fixation entre eux. Ce peuvent être des système à baïonnette tels celui utilisé pour le montage sur la base 1 du support 3. Il est préférable que chaque support modulaire présente un raccort mâle à une

extrémité et femelle à l'autre, ce qui simplifie l'interchangeabilité, les montages et assure à la fois une bonne résistance mécanique et une bonne orientation des modules, les porteurs servant au maintien de l'ensemble de la colonne, notamment pendant les phases de compression du garnissage et les phases chromatographiques elles-mêmes.

Dans la base 1 est inséré un piston 4 qui présente une partie de diamètre large 5 couissant dans un alésage correspondant de la base 1, prolongée vers le bas coaxialement par une tige 6 de plus petit diamètre couissant dans un trou axial correspondant de la base 1 et la traversant. Des jo^mts et autres dispositifs classiques d'étanchéité sont prévus entre piston 4 et tige 6 d'une part et les alésages et trous correspondants d'autre part. Le piston 4 et la tige 6 sont percés axialement pour former un conduit central 7 que l'on peut fermer en partie basse par un bouchon fileté 8 ou que l'on peut raccorder grâce au filetage du conduit 7 à toute source de fluide chromatographique. Le conduit 7 présente une dérivation radiale 9 qui aboutit dans un espace compris entre la base 1, le piston 4 et la tige 6, et qui comprend une partie plate 10 dans un plan de section droite, et une partie annulaire 11 entre tige 6 et base 1. La partie plate 10 est constituée par un évidement de la base de diamètre un peu plus petit que celui de la partie 5 du piston 4 et de l'alésage correspondant de la base 1, de sorte que l'épaulement ainsi créé sur la périphérie de cette partie 10 empêche le piston 4 de venir au contact du fond de cet évidement, et permet au fluide de se répartir sur toute la surface correspondante, assurant ainsi les meilleures conditions à l'auto-compression.

Vers le haut, le piston 4 se prolonge coaxialement par une partie cylindrique 12 de diamètre inférieur à celui de la partie la plus large 5, partie 12 destinée à coulisser à frottement doux dans la cartouche 13 qui lui sera superposée par insertion dans le module support 3. Le conduit axial 7 traverse également cette partie 12 et aboutit à l'extrémité supérieure de l'ensemble du piston 4 (c'est-à-dire qu'il traverse 5, 6 et 12).

La cartouche 13 est constituée par un segment de tube rigide ou semi-rigide résistant à la pression du garnissage en cours d'opération et formant un segment de la colonne chromatographique proprement dite, dont le diamètre utile est le diamètre intérieur de la cartouche 13.

Le garnissage 14 est maintenu dans la cartouche 13 entre deux disques coulissants 15 et 16 présentant chacun, du côté externe, une partie pleine rigide et coulissante munie de rebords extérieurs, respectivement 17 et 18, du côté du garnissage et percée axialement, et du côté interne, c'est-à-dire, du côté du garnissage, un disque poreux maintenu entre les rebords 17 et 18 des disques pleins rigides respectifs. Ceci permet au fluide arrivant par le conduit 7 du piston 4 de traverser le disque plein rigide 15 et de se répartir dans le disque poreux 17 pour traverser ensuite le garnissage 14. On peut prévoir à la surface du disque plein rigide 15 des rainures, de préférence radiales, du côté du disque poreux 17, ce qui facilite la répartition du fluide dans toute la section du disque poreux 17 et du garnissage 14. Le disque plein rigide 15 peut présenter, selon un mode de réalisation préféré de l'invention, un prolongement tubulaire axial 37 qui vient

s'insérer dans un alésage correspondant de la partie supérieure du piston 4. Des joints ou autres dispositifs d'étanchéité, sont prévus par l'homme de l'art entre disque plein rigide 15 et cartouche 14, et entre partie tubulaire 37 du disque 15 et piston 4.

Le disque plein rigide 16 et le disque poreux 18 peuvent être constitués de la même façon que ceux qui viennent d'être décrits, y compris un prolongement tubulaire 38 vers le haut qui pénètre symétriquement dans le piston 19 supérieur que l'on insère dans la cartouche 13 sur le disque 16. Son diamètre extérieur unique est celui de la partie haute 12 du piston 4, c'est-à-dire qu'il peut coulisser à frottement doux dans la cartouche 13. Il présente un conduit axial 20 sur une partie de sa hauteur, du côté présentant le court alésage dans lequel: pénètre la partie tubulaire 38 du disque plein rigide 16. Une dérivation radiale 21 percée dans ce piston 19 met en communication le conduit 20 avec l'extérieur grâce à un raccord fileté, ce qui permet les branchements sur lesquels on reviendra plus loin. Le piston 19 présente de plus des épaulements ou butées extérieures 39 qui empêchent la cartouche de monter trop haut durant les opérations, notamment durant l'auto-compression, ce qui risquerait de faire échapper le disque plein rigide 15 et le garnissage qu'il maintient.

Le module support 3 présente des ouvertures latérales 22 et 23 qui permettent d'accéder au raccord du conduit 21 et de maîtriser et vérifier la mise en place correcte des éléments, comme par exemple celle du piston 19 dans la cartouche 13 sur le disque plein rigide 16.

Sur le module support 3 est monté de façon équivalent à ce qui vient d'être décrit un second module porteur 3', un piston 19', une cartouche 13' avec son garnissage 14', ses deux disques pleins rigides 15' et 16', ses deux disques poreux 17' et 18', et ses pistons 19' et 19". Sur la figure, on a reporté les mêmes références sur les mêmes éléments en les marquant de façon telle que 19' et 19" pour indiquer qu'il s'agit d'éléments équivalents de l'élément 19. On ne décrira pas ces éléments en détail, dès lors, par exemple, que les montages des quatre pistons avec les disques et les cartouches correspondants sont équivalents. Les disques pleins et rigides peuvent présenter, par exemple, des rainures radiales, comme il a été dit à propos du premier disque 15 du côté où ils sont en contact avec les disques poreux.

Sur le module support 3', on peut monter, toujours grâce à un système de préférence à baïonnette, un chapeau 28 dans lequel est montée axialement une vis 27 à tête moletée destinée à venir s'appuyer sur le piston supérieur 16' qui présente, de préférence ainsi que tous les pistons (notamment supérieurs tels que 16) et pour faciliter l'interchangeabilité, un alésage central 26 de faible hauteur dans lequel vient s'appuyer la vis 27.

Le mode d'utilisation et de fonctionnement de cet ensemble est le suivant:

On monte la base 1 sur son trépied 2. On met en place le piston 4, la tige 6 traversant la base 1 et apparaissant en dessous. Le fond de la partie large 5 du piston 4 doit venir reposer en butée sur le fond de l'alésage correspondant de la base 1, en y ménageant l'espace 10.

On monte le module support 3 sur la base 1 puis on y insère la cartouche 13 en l'enfonçant de façon à amener au contact du piston 4, le disque plein rigide 15.

On insère le piston 19 dans la cartouche 13 de façon à l'amener au contact du disque plein rigide 16. On vérifie le montage correct de cet ensemble de façon que la circulation du fluide puisse s'effectuer sans fuite. On vérifie également que le raccord du conduit 21 est en position accessible par l'une des ouvertures 22 ou 23 du module support 3. Si l'on désire travailler avec deux ensembles modulaires, on met en place le second module support 3' sur le premier module support 3, puis le troisième piston 19' dans le second module 3', la seconde cartouche 13' dans le second module support 3', et le quatrième piston 19" dans le second module support 3' et la seconde cartouche 13'. On vérifie les contacts entre le troisième piston 19' et d'une part le second piston 19 et d'autre part, le disque plein rigide 15', ainsi qu'entre le quatrième piston 19" et le disque plein rigide 16'. On vérifie également l'accessibilité aux raccords des conduits 21' et 21".

On met en place le chapeau 28 sur le second module support 3'. On vérifie le montage des systèmes à baïonnettes et on serre sans excès la vis 27, ce qui assure le maintien en place et aux divers contacts de l'ensemble qui vient d'être décrit.

On raccorde le conduit 7 à la source de fluide, les raccords des conduits 21 et 21', ce qui monte en série les deux cartouches 13 et 13', et on raccorde le conduit 21" vers une recette ou une évacuation quelconque. Les canalisations de raccordement ne sont pas représentées sur la figure.

On laisse le fluide pénétrer sous pression dans le conduit 7 et le conduit de dérivation 9. Du fait des pertes de charges dans les cartouches, le fluide commence par pousser l'ensemble des pistons disques et garnissages à l'encontre de la vis 27 servant de butée. Lorsque la pression dans l'espace 10, 11 vient équilibrer celle dans les garnissages, compte tenu des pertes de charge dans les garnissages et des différences de surfaces entre celle de la partie 5 du piston 4 et celle inférieure de la partie 12, correspondant à la section utile de la colonne, l'auto-compression est assurée et l'opération chromatographique proprement dite se déroule.

Le fluide traverse le conduit 7, le tube 37, le disque plein rigide 15, le disque poreux 17, le garnissage 14, le disque poreux 18, le disque plein rigide 16, les conduits 20 et 21, la canalisation de raccordement non représentée sur la figure, les conduits 21' et 20', le disque plein rigide 15', le disque poreux 17', le garnissage 14', le disque poreux 18', le disque plein rigide 16' et les conduits 20' et 21'.

On remarquera entre autres:

- que l'auto-compression agit sur l'ensemble des cartouches, indépendamment des raccordements;
- que la hauteur modulaire entre baïonnettes des modules supports est, de préférence, sensiblement du même ordre que la hauteur des cartouches correspondantes munies des pistons;
- que les cartouches peuvent être montées en série, en parallèle ou indépendamment, ce qui peut permettre plusieurs opérations sur plusieurs fluides différents, et/ou avec des garnissages différents;

- que l'on peut moduler la hauteur totale des garnissages en fonction des besoins, en disposant de quelques modules supports et de quelques cartouches; par exemple pour un diamètre utile de 50 à 100 mm, on peut prévoir des hauteurs utiles de 100, 200, 300 et 500 mm;
- que l'on peut utiliser un nombre quelconque de cartouches à compter d'une seule et unique;
- que l'on peut aisément recharger les cartouches.

10

15

20

25

REVENDEICATIONS

1 Colonne chromatographique constituée par une structure support dans laquelle est insérée une structure du type cartouche rechargeable, caractérisée par le fait que la
5 structure de support est constituée par des modules supports ou carters superposables (3, 3') de forme générale cylindrique ou prismatique dans lesquels sont introduites des cartouches modulaires (13, 13') susceptibles d'être empilées et dont le garnissage (14, 14') peut être tassé par un système commun
10 d'autocompression (4, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 27, 28) de l'ensemble, lesdites cartouches pouvant être traversées successivement ou séparément par un ou plusieurs fluides dont l'un assure l'auto-compression.

2 Colonne selon la revendication 1 caractérisée par le fait
15 que dans des modules porteurs (3,3') de même diamètre intérieur, sont insérés des cartouches (13, 13') de diamètres extérieurs inférieurs à celui correspondant au diamètre intérieur des modules porteurs ou du cylindre inscrit dans le cas des modules prismatiques, grâce à des entretoises.

20 3 Colonne selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisée par le fait que, dans chaque cartouche (13, 13'), le garnissage est contenu entre deux éléments extrêmes coulissants (4, 5, 6, 15, 16, 17, 18, 19, 19', 15', 16', 17', 18' et 19'') susceptibles d'être traversés par les fluides,
25 pour assurer les opérations chromatographiques.

4 Colonne selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé par le fait que les éléments coulissants sont constitués par des pistons interchangeables (4, 19, 19', 19'') placés au

contact de disques rigides (15, 16, 15', 16') de maintien des garnissages (14, 14') dans les cartouches (14, 14').

5 Colonne selon la revendication 4 caractérisée par le fait que les pistons présentent des conduits (7, 20, 21, 21', 20', 20'', 21'') de raccordement à au moins une source de fluide, de
5 raccordement des cartouches entre elles et d'évacuation.

6 Colonne selon l'une des revendications 4 ou 5 caractérisée par le fait que contre chaque disque plein rigide (15, 16, 15', 16') est monté, du côté du garnissage (14, 14'), un
10 disque poreux (17, 18, 17', 18').

7 Colonne selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisée par le fait que chaque élément support (3, 3') présente à une extrémité un système de raccordement mâle et à l'autre extrémité un système correspondant femelle, une base (1) et un
15 chapeau (28) présentant les systèmes correspondants pour la fixation de la base et de la tête des modules de colonne.

8 Colonne selon la revendication 7 caractérisée par le fait que le chapeau (28) présente une butée réglable (27) à l'encontre de laquelle agit le système d'auto-compression (4, 5, 6, 7, 9, 10, 11).
20

9 Colonne selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisé par le fait que les modules supports (3, 3') présentent des ouvertures latérales (22, 23, 22', 23') d'accès et de contrôle.

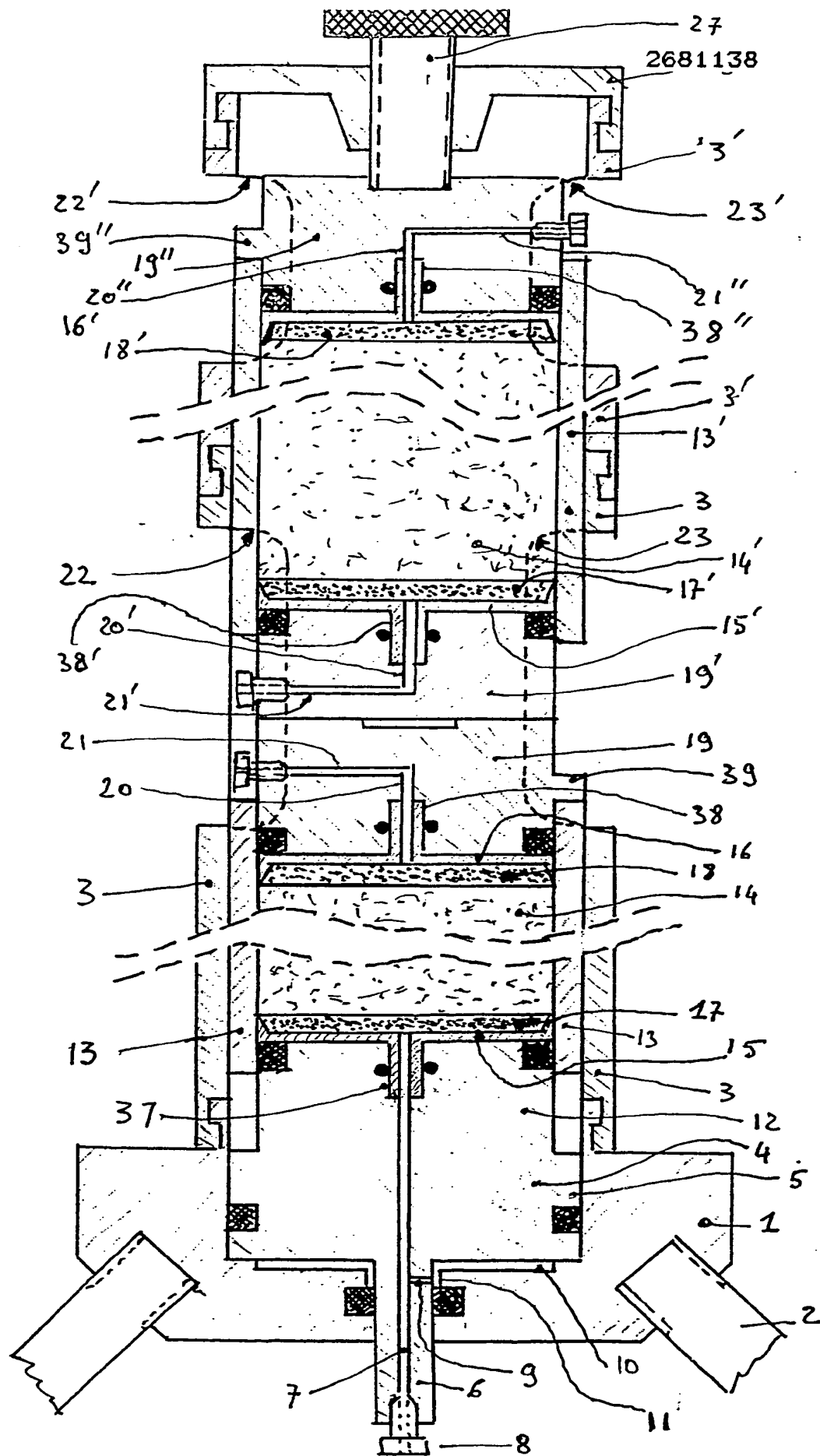


Figure Unique

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FR 9111189
FA 461559

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	US-A-4 155 846 (NOVAK ET AL.) * colonne 1, ligne 61 - colonne 2, ligne 40; figures I-IV *	1
D,A	EP-A-0 271 378 (COUILLARD) * colonne 3, ligne 5 - ligne 48; figure 1 * * colonne 4, ligne 36 - ligne 46 *	1
A	US-A-4 655 917 (SHACKELFORD ET AL.) * colonne 5, ligne 62 - colonne 6, ligne 35; figures 2,4 *	1
A	FR-A-2 618 348 (COMPAGNIE EUROPEENNE D'INSTRUMENTATION) * page 5, ligne 9 - ligne 35; figure 1 *	1
D,A	EP-A-0 145 578 (GROUPE INDUSTRIEL DE REALISATIONS ET APPLICATIONS) * page 3, ligne 5 - ligne 16; figure 5 *	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		G01N B01D
Date d'achèvement de la recherche 11 MAI 1992		Examinateur ZINNGREBE U.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		